

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-053295

(43)Date of publication of application : 28.02.1995

(51)Int.Cl. C30B 15/10
C03C 19/00

(21)Application number : 05-216864

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 10.08.1993

(72)Inventor : KOSEKI TADAO
KAWAMURA TAKAFUMI
KORIKI KAZUHIKO

(54) QUARTZ GLASS CRUCIBLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a quartz glass crucible capable of enhancing the yield of pulling of an Si single crystal.

CONSTITUTION: At least the bottom of this quartz glass crucible for pulling of an Si single crystal brought into contact with a graphite crucible is opaque and the center line average roughness Ra of the entire outside of this quartz glass crucible is 0.1-50 μ m.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]A silica glass crucible, wherein a pars basilaris ossis occipitalis is opaque at least and arithmetical-mean-deviation-of-profile Ra of the whole outside surface of this silica glass crucible is [of a silica glass crucible for Si-single-crystal raising in contact with a graphite crucible] 0.1 micrometer - 50 micrometers.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the silica glass crucible for Si-single-crystal raising in contact with a graphite crucible.

[0002]

[Description of the Prior Art] A silica glass crucible is arranged inside a graphite crucible, and is used for raising of a Si single crystal.

[0003] A silica glass crucible is manufactured by removing some non-melting powder which adhered quartz powder to the crucible outside surface after shaping melting. Conventionally, the non-melting powder which adhered outside is removed by blasting the whole outside surface of a silica glass crucible with a high pressure liquid if needed, or processing only the body (straight part) outside surface of a crucible with an engine lathe etc.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the arithmetical mean deviation of profile of the silica glass crucible outside surface was set to not less than 100 micrometers, and the dimensional accuracy of the former method was not enough as it, either. On the other hand, as for a graphite crucible, surface finishing is performed by high precision machining. By the difference in such surface roughness and dimensional accuracy, the uneven crevice arose in both plane of composition in many cases. And when pulling up a Si single crystal, the silica glass crucible which became an elevated temperature and was softened might change, and vibration might arise on the melting Si oil level. In that case, the adverse effect arose in the characteristic of the Si single crystal pulled up, and the yield was falling.

[0005] Although the latter method was enough as the dimensional accuracy of a straight part (body), the crevice arose too between carbon crucibles in the other portion, and there was a case where the same oil-level vibration occurred. Since the difference of the surface roughness of a straight part and the other portion was large, the heat ray transmissivity in both portions differed at the time of heating, and it had had an adverse effect on the temperature control of melting Si.

[0006] Anyway, especially in the silica glass crucible of a large caliber, it was easy to produce the above-mentioned problem, and the yield (rate of single-crystal-izing) of Si-single-crystal raising was falling.

[0007] This invention cancels the problem of the above conventional technologies, and an object of this invention is to provide the silica glass crucible which can raise the yield (rate of single-crystal-izing) of Si-single-crystal raising.

[0008]

[Means for Solving the Problem] This invention makes a gist a silica glass crucible, wherein a pars basilaris ossis occipitalis is opaque at least and arithmetical-mean-deviation-of-profile Ra of the whole outside surface of this silica glass crucible is [of a silica glass crucible for Si-single-crystal raising in contact with a graphite crucible] 0.1 micrometer – 50 micrometers.

[0009]

[Example] Hereafter, the suitable example of this invention is described with reference to drawings. The figure showing a grinding operation for drawing 1 to manufacture the silica glass crucible by this invention and drawing 2 are the sectional views showing the grinding stone of drawing 1. Grinding shall be interpreted

in a broad sense and polish shall also be included in grinding.

[0010]The silica glass crucible of drawing 1 carries out melt molding of the quartz powder with the usual rotation scorification. The opaque silica glass crucible which contains many air bubbles minute on the whole by this is formed. A hyaline layer is formed in the inner surface of this silica glass crucible. Non-fused-quartz powder has adhered to the outside surface. Then, the whole outside surface of a crucible is ground with the grinding attachment 10 shown in drawing 1.

[0011]The grinding attachment 10 has the disk type rotating table 12 provided in the base 11. The center presser foot 15 is formed on the extension wire of the axis of rotation at the rotating table 12. The rubber 15a which contacts in the center of a crucible pars basilaris ossis occipitalis is being fixed at the tip of the center presser foot 15.

[0012]In the middle of the center presser foot, the straight part upper part zipper 13 is being fixed. ** which changes a path according to the size of a crucible is possible for the straight part upper part zipper 13, and the rubber 13a which contacts the straight part inner circumference of a crucible is arranged in the heel.

[0013]The straight part lower part zipper 14 is arranged at the upper surface of the rotating table 12. The straight part lower part zipper 14 can also change a path according to the size of a crucible, and the rubber 14a which contacts the straight part inner circumference of a crucible is arranged in the heel.

[0014]The grinding attachment 10 is provided with the grinding stone rotation means 21. The grinding stone rotation means 21 has a spindle in which a high velocity revolution is possible. The grinding stone 16 can be set to a spindle. The head 21 changes speed for the predetermined course (A-E) defined in the figure flat surface of drawing 1, and is movable. The courses A and B move a spindle with peripheral wheel speed (low speed), and course C-F moves a spindle with a rapid traverse.

[0015]If a desirable example is given, the grinding stone 16 is a diamond wheel of a cup shape, and has the grinding stone fitting part 17 provided in cup shape base metal 19 and its lower periphery removable. The base metal 19 is a product made from aluminum, and the grinding stone fitting part 17 is a product made of resin. The grindstone body 18 is attached to the grinding stone fitting part 17. As for the grindstone body 18, the curvature radius has a grinding side of R. That is, the sectional shape of the grindstone body 18 has semicircular shapes in drawing 2. as the arrow showed, the lower part curved — it may be [1/4] circular.

[0016]Now, using the grinding attachment 10 shown in drawing 1, the crucible 1 was rotated at a low speed, the courses A and B were moved, carrying out the high velocity revolution of the grinding stone 16 on the other hand, and the whole outside surface of the crucible was ground. And when arithmetical-mean-deviation-of-profile Ra of the outside surface of the obtained silica glass crucible was measured, it was within the limits of 0.1 micrometer – 50 micrometers. The error was less than **1 mm, when the dimensional accuracy was investigated, less than **1 mm and thickness have [an outer diameter] the same error to the designed size of 508 mm, and, as for less than **1.5 mm and outside R shape, the error was [the error of height] less than **2 mm to 356 mm to 508 mm to 11 mm.

[0017]The Si single crystal was raised using this silica glass crucible, and the yield was investigated. As a result, compared with the case where the conventional crucible is used, the yield improved about 5%.

[0018]As stated above, this invention has the composition of grinding the whole outside surface of a silica glass crucible, and adjusting arithmetical mean deviation of profile to 0.1 micrometers or more 50 micrometers or less. The arithmetical mean deviation of profile of a crucible outside surface is set as 10

micrometers or less still more desirably, and is set as 6 micrometers or less the optimal.

[0019] This invention uses the upper part of the straight part of a silica glass crucible as opaque quartz glass, for example, and takes effect also in the thing which used as transparent silica glass the lower part containing a pars basilaris ossis occipitalis, or this thing made reverse.

[0020]

[Effect of the Invention] Even if the silica glass crucible of this invention has few silica glass crucibles for Si-single-crystal raising in contact with a graphite crucible, its pars basilaris ossis occipitalis is opaque, And since arithmetical-mean-deviation-of-profile Ra of the whole outside surface of this silica glass crucible is 0.1 micrometer – 50 micrometers, surface roughness is improved compared with the conventional crucible, and dimensional accuracy also improves.

[0021] Therefore, a contact state with the graphite crucible arranged outside can be kept good, and vibration of the melting Si oil level resulting from softening of a crucible can be prevented. Since the surface roughness of a straight part and a pars basilaris ossis occipitalis becomes almost the same and heat ray transmissivity becomes equal, the accuracy of temperature control can be raised.

[0022] For this reason, the yield of a Si single crystal can be substantially raised by using the glass crucible of this invention compared with the conventional crucible.

[0023] This invention is not limited to the above-mentioned example. For example, a grinding course may be an opposite direction of the course shown in drawing 1. The size and shape of a silica glass crucible can also adopt not only the thing in an example but various sizes and shape.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The figure showing the process of manufacturing the silica glass crucible of this invention.

[Drawing 2] The sectional view showing the grinding stone of drawing 1.

[Description of Notations]

- 1 Silica glass crucible
- 10 Grinding attachment
- 11 Base
- 12 Rotating table
- 13 Straight part upper part zipper
- 14 Straight part lower part zipper
- 15 Center presser foot
- 13a, 14a, 15a rubber member
- 16 Grinding stone
- 17 Grinding stone fitting member
- 18 Grindstone body

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-53295

(43)公開日 平成7年(1995)2月28日

(51)Int.Cl.⁸

C 3 0 B 15/10

C 0 3 C 19/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 3 頁)

(21)出願番号 特願平5-216864

(22)出願日 平成5年(1993)8月10日

(71)出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72)発明者 小関 忠雄

山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地

東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 川村 孝文

山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地

東芝セラミックス株式会社小国製造所内

(72)発明者 高力 一彦

山形県西置賜郡小国町大字小国町378番地

東芝セラミックス株式会社小国製造所内

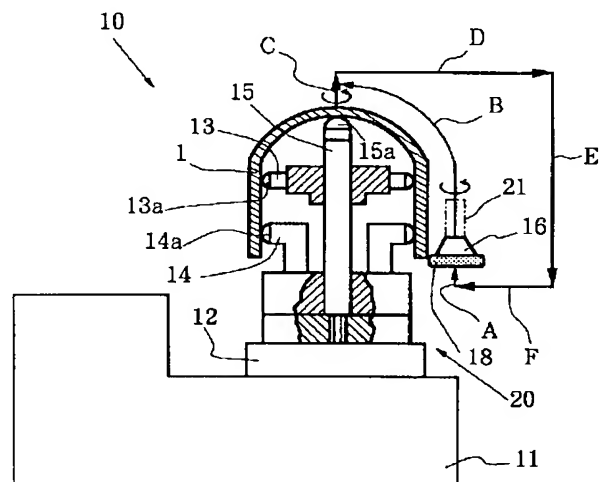
(74)代理人 弁理士 田辺 徹

(54)【発明の名称】 石英ガラスルツボ

(57)【要約】

【目的】 S i 単結晶引上げの歩留りを向上させることが可能な石英ガラスルツボを提供する。

【構成】 黒鉛ルツボと接触するS i 単結晶引上げ用の石英ガラスルツボの少なくとも底部が不透明であり、かつ該石英ガラスルツボの外周全体の中心線平均粗さR a が0.1 μ m ~ 50 μ mであることを特徴とする石英ガラスルツボ。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 黒鉛ルツボと接触する Si 単結晶引上げ用の石英ガラスルツボの少なくとも底部が不透明であり、かつ該石英ガラスルツボの外周全体を中心線平均粗さ Ra が 0.1 μm ~ 50 μm であることを特徴とする石英ガラスルツボ。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 この発明は、黒鉛ルツボと接触する Si 単結晶引上げ用の石英ガラスルツボに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 石英ガラスルツボは黒鉛ルツボの内側に配置され、Si 単結晶の引上げに用いられる。

【0003】 石英ガラスルツボは石英粉を成形溶融後に、ルツボ外面に付着した未溶融粉を一部除去することによって製造される。従来、外面に付着した未溶融粉は、必要に応じて石英ガラスルツボの外周全体を高圧液体でブラッシングするか、又はルツボの円筒部（ストレート部）外面のみを旋盤等で加工することによって除去している。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前者の方法では、石英ガラスルツボ外面の中心線平均粗さが 100 μm 以上になってしまい、寸法精度も充分ではなかった。他方、黒鉛ルツボは高精度機械加工によって表面の仕上げが行われる。このような表面粗さ及び寸法精度の違いによって、両者の接合面には不均一な隙間が生じることが多かった。そして、Si 単結晶を引上げる際に、高温になって軟化した石英ガラスルツボが変形し、溶融 Si 液面に振動が生じることがあった。その場合には、引きあげた Si 単結晶の特性に悪影響が生じ、歩留が低下していた。

【0005】 また、後者の方法では、ストレート部（円筒部）の寸法精度は充分であるが、それ以外の部分でカーボンルツボとの間にやはり隙間が生じ、同様の液面振動が発生する場合があった。また、ストレート部とそれ以外の部分の面粗さの差が大きいため、加熱時に両方の部分での熱線透過率が異なって溶融 Si の温度制御に悪影響を与えていた。

【0006】 いずれにせよ、特に大口径の石英ガラスルツボにおいて前述の問題が生じ易く、Si 単結晶引上げの歩留り（単結晶化率）が低下していた。

【0007】 本発明は、前述のような従来技術の問題点を解消して、Si 単結晶引上げの歩留り（単結晶化率）を向上させることが可能な石英ガラスルツボを提供することを目的としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】 この発明は黒鉛ルツボと接触する Si 単結晶引上げ用の石英ガラスルツボの少な

くとも底部が不透明であり、かつ該石英ガラスルツボの外周全体を中心線平均粗さ Ra が 0.1 μm ~ 50 μm であることを特徴とする石英ガラスルツボを要旨としている。

【0009】

【実施例】 以下、図面を参照して本発明の好適な実施例を説明する。図 1 は本発明による石英ガラスルツボを製造するための研削工程を示す図、図 2 は図 1 の研削砥石を示す断面図である。なお、研削を広義に解釈し、研磨も研削に含まれるものとする。

【0010】 図 1 の石英ガラスルツボは、通常回転溶融法で石英粉を溶融成形したものである。これにより、全体的に微小な気泡を多数含む不透明な石英ガラスルツボが形成される。なお、この石英ガラスルツボの内面には透明層が形成される。また、その外面には未溶融石英粉が付着している。そこで、図 1 に示す研削装置 10 によってルツボの外周全体を研削する。

【0011】 研削装置 10 は、ベース 11 に設けられたディスク型の回転テーブル 12 を有している。回転テーブル 12 には、その回転軸の延長線上にセンタ押え 15 が設けられている。センタ押え 15 の先端にはルツボ底部の中央に当接するゴム 15a が固定されている。

【0012】 センタ押えの中程にはストレート部上方チャック 13 が固定されている。ストレート部上方チャック 13 はルツボの大きさに合わせて径を変えることが可能であり、その外端部にはルツボのストレート部内周に当接するゴム 13a が配置されている。

【0013】 回転テーブル 12 の上面には、ストレート部下方チャック 14 が配置されている。ストレート部下方チャック 14 もルツボの大きさに合わせて径を変えることが可能であり、その外端部にはルツボのストレート部内周に当接するゴム 14a が配置されている。

【0014】 研削装置 10 は、砥石回転移動手段 21 を備えている。砥石回転移動手段 21 は高速回転可能なスピンドルを有している。スピンドルには研削砥石 16 を設定することができる。ヘッド 21 は、図 1 の図平面内で定めた所定経路（A ~ E）を速度をかせて移動可能である。経路 A、B はスピンドルを研削速度（低速）で移動させ、経路 C ~ F はスピンドルを早送りで移動させる。

【0015】 好ましい一例を挙げると、研削砥石 16 は、カップ形のダイヤモンド砥石で、カップ状の台金 19 とその下部外周に着脱可能に設けられた砥石取付部 17 を有している。台金 19 はアルミ製であり、砥石取付部 17 は樹脂製である。砥石取付部 17 には砥石本体 18 が取付けられている。砥石本体 18 は曲率半径が R の研削面を有している。すなわち、砥石本体 18 の断面形状は図 2 では半円形になっている。また、矢印で示したように下方が湾曲した 1/4 円形でもよい。

【0016】 さて、図 1 に示した研削装置 10 を用い

て、ルツボ 1 を低速で回転させ、一方研削砥石 16 を高速回転させつつ経路 A、B を移動させて、ルツボの外面全体の研削を行った。そして、得られた石英ガラスルツボの外面の中心線平均粗さ R_a を測定したところ $0.1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ の範囲内であった。また、その寸法精度を調べたところ、外径は設計寸法 50.8 mm に対して誤差が $\pm 1 \text{ mm}$ 以内、肉厚は同じく 11 mm に対して誤差が $\pm 1.5 \text{ mm}$ 以内、外側 R 形状は 50.8 mm に対して誤差が $\pm 1 \text{ mm}$ 以内、高さは 35.6 mm に対して誤差が $\pm 2 \text{ mm}$ 以内であった。

【0017】この石英ガラスルツボを用いて Si 単結晶の引上げを行い、歩留りを調べた。その結果、従来のルツボを用いた場合に比べて歩留りが約 5% 向上した。

【0018】以上述べたように、本発明は石英ガラスルツボの外面全体を研削して中心線平均粗さを $0.1 \mu\text{m}$ 以上 $50 \mu\text{m}$ 以下に調整する構成になっている。ルツボ外面の中心線平均粗さは、さらに望ましくは $10 \mu\text{m}$ 以下に設定し、最適には $6 \mu\text{m}$ 以下に設定する。

【0019】本発明は、例えば石英ガラスルツボのストレート部の上方を不透明石英ガラスとし、底部を含む下

方を透明石英ガラスとしたもの、もしくは、この逆にしたもの等においても効果を奏するものである。

【0020】

【発明の効果】本発明の石英ガラスルツボは、黒鉛ルツボと接触する Si 単結晶引上げ用の石英ガラスルツボの少なくとも底部が不透明であり、かつ該石英ガラスルツボの外面全体の中心線平均粗さ R_a が $0.1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ になっているので、従来のルツボに比べて表面粗さが改善され寸法精度も向上する。

【0021】従って、外側に配置する黒鉛ルツボとの接

触状態を良好に保つことができ、ルツボの軟化に起因する熔融 Si 液面の振動を防止できる。また、ストレート部と底部の面粗さがほぼ同一となって、熱線透過率が等しくなるので、温度制御の精度を向上させることができる。

【0022】このため、本発明のガラスルツボを用いることにより、Si 単結晶の歩留りを従来のルツボに較べて大幅に向上させることができる。

【0023】なお、本発明は前述の実施例に限定されない。例えば、研削経路は、図 1 に示した径路の逆方向であってもよい。また石英ガラスルツボの寸法や形状も実施例におけるものに限らず様々な寸法や形状を採用できる。

【図面の簡単な説明】

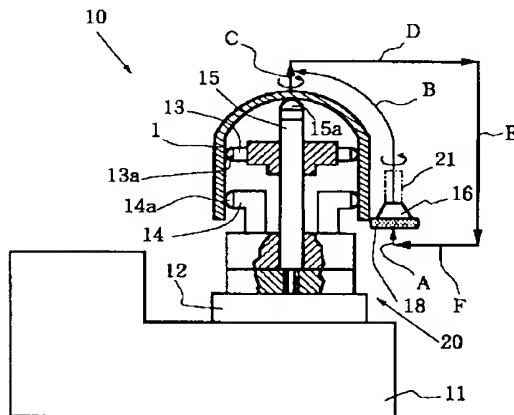
【図 1】本発明の石英ガラスルツボを製造する工程を示す図。

【図 2】図 1 の研削砥石を示す断面図。

【符号の説明】

- | | |
|---------------|--------------|
| 1 | 石英ガラスルツボ |
| 10 | 研削装置 |
| 11 | ベース |
| 12 | 回転テーブル |
| 13 | ストレート部上方チャック |
| 14 | ストレート部下方チャック |
| 15 | センタ押え |
| 13a, 14a, 15a | ゴム部材 |
| 16 | 研削砥石 |
| 17 | 砥石取付け部材 |
| 18 | 砥石本体 |

【図 1】



【図 2】

